This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representation of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑩日本国特許庁(JP)

10 特許出頭公開

母公開特許公報(A)

平3-185197

®Int. Cl. 3

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成3年(1991)8月13日

D 21 H 17/28 A 47 K 10/16

6654-2D 8723-4L

4L D 21 H 3/28 4L 5/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

※発明の名称 水

水分散性のよいテイシュペーパー

translation attached

到符 頭 平1-323780

经出 願 平1(1989)12月15日

包 充 明 者 植 田

政 良

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬

工場内

の発明者 野口

宏 之

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬

工場内

四克 明 者 给 木

博 —

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリフト株式会社群馬

工場内

⑩出 願 人 日本カーリット株式会

東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

社

1. 発明の名称

水分数性のよいティシュペーパー

2. 特許請求の義団

1 原料パルプに、毎カチオン性ジアルデヒド デンプンを認知性、砂葉して得られる水分数性の よいティシュペーパー。

2 ティシュペーパーの坪量が12.5~ 16.5g/m*のときに、努力チオン性ジアルデヒドデンプンの協加量が展界パルプに対して 0.1~0.4%である誰は項1記載のティシュペーパー。

3、 見明の詳細な説明

(選票上の料用分野)

本共明は引要性さに優れ、かつ、水分散性に優れたディシュペーパーに関する。

(従来の技術)

ティシュペーパーは、さらし化学パルプを主意 料とし、漏れても破れないように暴露強度を与え た2 社会社の環境紙で、第入リティシュ、ポケッ トティシュ、トイレットティシュ、タボルティシュなどに分けることができる。 窓入リティシュについては、JIS S3104-1985により、年豊、引張強さ、長太良、白色皮、愛えについての品質が規定され、一定の引張強さ(乾燥砕視方向80gf、最調時ဆ方向60gf)が要求されている。

(発明が解決しようとする課題)

トイレットティシュは、水分散性を必要とする ため、最力増強剤を使用することができないので、 叩解皮を上げたり、坪量を増すことにより強度不 足を補っているが、異合いが劣り、新設が多かっ たり、耐水保度が購入りティシュに比較してほめ で盛いた点がある。

また、難入リティシュ、ポケットティシュおよびタオルティシュには、強度を出すために登録法 力増強対が使用されているので、容異性反が強い 反面、水分散性が悪いので、水洗トイレに使すことはできない。特にポケットティシュは、通常、 類入リティシュに近い引張供さを持っているか、 または加工通往を向上させるためにな入りティシュ以上の住民をもつものが一般的である。

このような住民のあるティシュ、何太はポケットティシュは、トイレットペーパーの質え付けの 無いトイレで使用されることがあり、水洗トイレ の配要の詰りの裏因となり、浄化精内で分数しに くい等のトラブルを生じる。

(四頭を解決するための手段)

本発明は上記従来の問題点を解決するものであ り、最入りティシュのように引張値さを有し、か つ、トイレットティシュのように水分散性の良い ティシュを提供することを目的とする。

すなわち本発明のティシュは、原料パルプに、 各カチオン性ジアルデヒドデンブンを認知性、 夢 低して暮られる水分散性のよいティシュペーパー である。 骨カチオン性ジアルデヒドデンブンの 集 加量は坪量との関係があり、一概に定めることは できないが、何えば、ティシュペーパーの坪量が 12.5~16.5g/m゚のときに、 日カチオン 性ジアルデヒドデンプンの様加量を原料パルプに

パール、日本カーリット(株) 製】を認知した。 思知量はパルプに対して関形分換算で0.05%、 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%および 0.5%の6種とした。 熱加後、良く既合してか らジェットフェーマ型ティシュが紙類を用い、が 紙類140cm、が紙道度200m/min、、 クレープ率20%の条件で、ティシュペーパーを 製造し、第1表に示す坪量のティシュペーパーを 界た。

また、上記と同一の製造条件で、日カチオン性 ジアルデヒドデンプンを認知しないもの、および 市販のエポキシ樹屋系載力増強期(カイメン55 7日、ディックハーキュレス社割)をパルプに対 して図形分換算で0、2%体加し、毎1表に示す 坪型のティシュを得た。

上記のようにして得たティシュの引奏値さおよび水分散性を、市販のティシュの注意と登せて到 主義に示した。なお引張値さおよび水分散性の試 動力性は以下の通りである。

【引兵性で試験】 (JIS S3104-1985に母長)

対して貿易分換 まで 0.1~0.4%にすると強度 および水分散性の良好なティシュが得られる。

本共明で使用する對カチオン性ジアルデヒドデンプンは市販品もあるが、たとえば次のようにして製造される。溶解権に水を入れ、pHを4~5に異なし、85℃に昇延する。これにジアルデヒドデンプンを入れ如無復拝しながら海がする。等られた将紋に建塩を加えてpHを3.0±0.5とした性、水冷により30℃まで冷却する。次にカチオン化剤(例えば、カチオン性アクリル即産ビニル共産合製剤)を認知し、水で10%程度に掲載を得る。

(实施例)。

次に本発明の効果を実施何および比較例により
の例える。

絶性で340kgのNBKP(ラポニア:フィ ンランド産針意識パルプ)をピーターに仕込み、 リファイナーで処理して14°SRの甲がほとし、 そこに会力チオン性ジアルデヒドデンプン〔トネ

数型時:試験片は2枚重ね(一級)で、紙の 機方向(砂紙時における紙の洗れの差角方角)に 引張り、低は25mm、つかみ間隔は100mm とした。

国国時: 紙の変方向(砂紙時における底の現れ方向)に引張るように関定機に取り付け、水で 製製片を国義させ、栽集時の需定と開発に行なった。

【水分型性关节】

放政庁 0.5 まを、水 2 5 0 m まの入った 5 0 0 m まの位付三角フラスコに入れ、1 分割 2 0 0 臼 (ストローク質 4 0 m m) の語さでほと うさせた役の分数状態を疑察した。第 1 及中、○ は完全にパルプ化した状態のものであり、Δはパ ラパラにほぐれパルプ化寸段の状態のものであり、 また、×は紙の状態のままのものを表す。

第1 表から、本現明のティシュペーパーは、他 版の購入リティシュやポケットティシュと同時の 初期協調技度を有しているが、水中では強々に登 度を失う性質を有することが分かる。

| 黄髓池 | 李四条 二 | (建四点 %) | # 2 | 引 景 莹 さ(gf) | | * * * * * * - 3 | | | |
|------------|----------------|----------|-------|-------------|--------|-----------------|-----|--------------------|------|
| | | | (m/s) | 化四十 (数) | 温河町(夏) | 199 | 392 | 5 13 12 | 6092 |
| ı | # 55 25 | (0·). | 13.1 | 7 2 | 4 2 | 0 | 0 | 0 | |
| 2 | トネパール | * (0.05) | 13.3 | 7, 5 | 5 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 3 | , | (0.1) | 13.0 | 8 1 | 6 1 | Δ | 0 | 0 | 0 |
| 4 | • | (0.2) | 12.8 | 8 3 | 6 2 | Δ | Δ | 0 | 0 |
| 5 | • | (0.3) | 13.7 | 8 5 | 6 3 | Δ | Δ | 0 | 0 |
| 6 | • | (0.4) | 13.8 | 90 | 6 5 | Δ | Δ | 0 | 0 |
| 7 | | (0,5) | 13.2 | 107 | 7 0 | × | × | Δ | 0 |
| 8 | カイメン * | * (0.2) | 13.3 | 8 6 | 9 4 | × | × | × | × |
| 但版和入リティシュA | | 12.6 | 8 8 | 101 | × | × | × | ^ x | |
| 10 84 | 沁入りティショ | В | 12.8 | 8 -7 | 104 | × | × | × | × × |
| . 市版: | ポケットティシ | - C | 14.1 | 9 0 | 9 9 | | × | × | × |
| ता ह | トイレットティ | シュロ | 19.2 | 7 G | 4 5 | · • | - | 0 | 0 |

- * 『 キカーリット (株) 質 針カチオン性ジアルデヒドデンプン
- ** ディックハーキュレス社製 エポキシ間度系載力増強剤カイメン557日

また、実験知3~6のティジュを水洗トイレで 1 週間使用し続け、7日世に浄化権内を観察した ところ、確気による対象効果でディジュは完全に パルプ化し、配管が数まることもなかった。

(見可の公里)

本見明のティシュは、鬼合い、手ざわり等を接なうことなく、遅れ、穴など使用上の欠点もなく、 取入リティシュロみの強度を持ち、かつ、未分数 性にほれているので水洗トイレに減すことのでき る作品なティシュである。

特許出職人 日本カーリット株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Japanese Kokai Patent No. HEI 3[1991]-185197

Translated from Japanese by the Ralph McElroy Co., Custom Division, P. O. Box 4828, Austin, Texas 78765 USA

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Code: 673-11941

JAPANESE PATENT OFFICE PATENT JOURNAL

KOKAI PATENT NO.: HEI 3[1991]-185197

Int. Cl.⁵: D 21 H 17/28

A 47 K 10/16

D 21 H 3/28

5/00

Sequence Nos. for Office Use: 6654-2D

8723-4L

7003-4L

Application No.: HEI 1[1989]-323780

Application Date: December 15, 1989

Publication Date: August 13, 1991

No. of Invention: 2 (Total of 3 pages)

Examination Request: None

TISSUE PAPER WITH EXCELLENT DISPERSIBILITY IN WATER

Inventors: Masayoshi Ueda

Gumma Kojo

Nippon Carlit K.K.

2470, Handa, Shibukawa-

shi, Gumma-ken

Hiroyuki Noguchi
Gumma Kojo
Nippon Carlit K.K.
2470, Handa, Shibukawashi, Gumma-ken
Horokazu Suzuki
Gumma Kojo
Nippon Carlit K.K.
2470, Handa, Shibukawashi, Gumma-ken
Nippon Carlit K.K.
1-2-1, Marunouchi,
Chiyoda-ku, Tokyo

Applicant:

There are no amendments to this patent.

Claims

- 1. Tissue paper with excellent dispersibility in water, produced by adding weakly cationic dialdehyde starch to the feedstock pulp, followed by paper making.
- 2. Tissue paper described in Claim 1 of the patent application in which weakly cationic dialdehyde starch is added to the feedstock pulp at 0.1-0.4% when the surface density of the tissue paper is $12.5-16.5 \text{ g/m}^2$.

Detailed explanation of the invention

Industrial application

This invention is concerned with tissue paper with excellent tensile strength and excellent dispersibility in water.

Conventional technique

Tissue paper is produced in the form of two-ply thin paper that is strong when wet, i.e., doesn't brake when wet, manufactured from a feedstock of bleached pulp and can be classified into boxed tissue, pocket tissue, toilet tissue and towel tissue. As for boxed tissue, JIS S3104-1985 defines the quality of paper required [to make tissue paper] with regard to the surface density, tensile strength, water absorption, whiteness and fluorescence. The required tensile strength is 80 gf in the transverse direction when dry and 60 gf in the longitudinal direction when wet.

Problems to be solved by the invention

Tensile strength has, in the past, been increased in toilet tissue paper by enhanced beating of the pulp or increasing the surface density, since bonding agents could not be added for reinforcement of the tensile strength because of the required dispersibility in water. However, such procedures are beset with problems: the sense of touch of the paper is poor, powder is

easily scattered from the paper and the strength when wet is extremely weak compared to boxed tissue paper.

On the other hand, the wet strength is increased by adding a bonding agent in boxed tissue paper, pocket tissue paper and towel tissue paper, therefore these types of tissue paper cannot be used in the toilet because of poor dispersibility in water, despite their enhanced wet strength. Pocket tissue paper usually has a tensile strength close to that of boxed tissue paper or greater because of improved fabrication.

If tissue paper with a tensile strength such as pocket tissue papers is used in the toilet without toilet tissue paper, troubles are likely to occur such as clogging of the toilet pipes or nondegradability in the septic tank.

Methods to solve the problems

This invention solves the aforementioned problems and offers tissue paper with tensile strength comparable to that of box tissue paper and with dispersibility in water similar to a [conventional] toilet tissue paper.

The tissue paper of this invention is a tissue paper with excellent dispersibility in water obtained by paper making after adding weakly cationic dialdehyde starch to the pulp feedstock. The added amount of weakly cationic dialdehyde starch is dependent on the surface density of the paper and cannot be set to a particular value. Tissue paper with excellent strength and water dispersibility is obtained by adding weakly cationic dialdehyde starch as a solid at 0.1-0.4% to the pulp feedstock at a [tissue] surface density of $12.5-16.5 \text{ g/m}^2$.

As the weakly cationic dialdehyde starch of this invention, commercial products can be used but it can also be prepared as follows: A reactor is loaded with water, the pH is adjusted to 4-5 and the temperature is raised to 85° C. Dialdehyde starch is added and dissolved by stirring and heating. The pH of solution thus obtained is adjusted to 3.0 ± 0.5 with concentrated hydrochloric acid and the solution is cooled to 30° C. Then an agent to render the dialdehyde starch cationic is added (e.g., cationic acrylate-vinyl acetate copolymer) and the solution is diluted with water to a concentration of about 10% to obtain an aqueous solution of cationic dialdehyde starch.

Application example

The effects of this invention is explained with an application and a comparative example.

A beater was loaded with 340 kg of NBKP ([expansion unknown] pulp of Lavonia [transliteration], coniferous tree from Finland) as the dry mass to be refined to the degree of beating of 14° SR. Weakly cationic dialdehyde starch (Tonepearl, trademark of Nippon Carlit K.K.) was added at 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 and 0.5% (6 kinds) as a solid, with respect to the pulp. After mixing well, the pulp was used to produce tissue paper using a Jet [sic] tissue-formation paper machine at a paper width of 140 cm; the speed of the paper making was 200 m/min and the percentage of crepe was 20%, tissue papers with the surface densities as shown in Table I were obtained.

Under the same conditions of production, tissue papers with the surface densities shown in Table I were produced without adding weakly cationic dialdehyde starch but with the addition of a commercial bonding agent (Caimen [transliteration] 557H, Dick Hercules Co.) at 0.2%, as a solid, with respect to pulp.

Table I shows the tensile strength and water dispersibility for the above-mentioned samples of tissue paper obtained, together with the properties of commercially available tissue paper. The tests for tensile strength and water dispersibility were carried out as follows.

Tensile strength test (according to JIS S3104-1985)

Dry: A 2-ply test sheet (1 set) was stretched in the transverse direction (at a right angle to the direction of paper flow during paper making) at a width of 25 mm and a clumped length of 100 mm.

Wet: The test sheet was clumped in the tester in the longitudinal stretching direction (direction of paper flow during the paper production) and the test sheet was moistened with water to carry out a test similar to the dry [tensile strength] test.

Water dispersibility test

0.5 g of the test sheet was placed in a 500-mL stoppered Erlenmeyer flask containing 250 mL of water; the flask was shaken 200 times per minute (at a stroke distance of 40 mm) to observe the paper dispersion. In Table I, the sign O indicates complete reversion of paper to pulp, the sign Δ indicates broken-up paper, i.e., paper just before turning into pulp, and the sign X indicates the persistence of the form of paper.

Table I shows that the tissue paper of this invention has an initial wet strength similar to commercially available boxed tissue paper or pocket tissue paper but the strength is gradually lost in water.

Samples of tissue paper of Experiment Nos. 3-6 were used continuously in a toilet for a week and the septic tank was observed at the end of the week. The tissue paper completely reverted to pulp by convection due to exposure to air and there was no clogging of the conduit [pipes].

Effects of the invention

The tissue paper of this invention has following beneficial effects: Tensile strength similar to boxed tissue paper without loss of its excellent feel to the touch and a texture without inconvenience in use, such as tearing or hole formation. It also exhibits excellent dispersibility in water so that the paper can be used as toilet tissue paper.

Table I.

Key: 1 - Experiment No.

- 2 Added chemical (amount added %)
- 3 No addition
- 4 Tonepearl*
- 5 Caimen**
- 6 Commercial boxed tissue A
- 7 Commercial boxed tissue B
- 8 Commercial pocket tissue C
- 9 Commercial toilet tissue D
- 10 Surface density
- 11 Tensile strength
- 12 Dry (transverse)
- 13 Wet (longitudinal)
- 14 Water dispersibility data
- 15 Min later
 - * Weakly cationic dialdehyde starch from Nippon Carlit K.K.
 - ** Dick Hercules Co., Caimen 557H epoxy-resin bonding agent

| 実験là | 添加菜品 (添加量 %) | 10 | 10年 强 | さ (gf). | (4) | 分散 | 性デ・ | - 5 |
|----------------|-----------------|-------|--------|---------|-----|-----|-------|--------|
| (1) | (2) | (m/8) | 沙野 (权) | 四四時 (統) | 一旦 | 3分後 | 5 分後・ | 6 0 分後 |
| 1 | 無路加3 (0) | 13.1 | 7 2 | 4 2 | | 0 | 0 | -0 |
| 2 | 4月ネパール * (0.05) | 13.3 | 7 5 | 5 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 3 | (0.1) | 13.0 | 8 1 | 6 1 | Δ | 0 | Ο. | . 0 |
| 4 | (0.2) | 12.8 | 8 3 | 6 2 | Δ | Δ | 0 | 0 |
| _. 5 | (0.3) | 13.7 | 8 5 | . 63 . | Δ | . Д | 0 | 0 |
| 6 | . (0,4) | 13.8 | 9 0 | 6 5 | Δ | Δ | 0 | 0 . |
| 7 | (0.5) | 13.2 | 1 0 7 | 7 0 | × | × | Δ | 0 |
| 8 | カイメン ** (0.2) | 13.3 | 8 6 | 9 4 | × | × | × | × |
| 茲访 | 節入リティシュA | 12.6 | 88. | 101 | × | × | × | × |
| 可以 | 前入リティシュB 🕎 | 1.2.8 | 8 7 | 1 0 4 | × | × | × | × |
| स ऋ | ポケットティシュC 8 | 14.1 | 9.0 | 9 9 | × | × | × | × |
| 政市 | トイレットティシュD(タ) | 19.2 | 7 6 | 4 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |